# (19)日本国特許庁 (JP)

# (12)公開特許公報 (A)

# (11)特許出願公開番号 特開2001-2833

(P2001-2833A) (43)公開日 平成13年1月9日(2001.1.9)

(51) Int. Cl. 7	識別記号	F I
CO8L 9/00		C08L 9/00
C08J 5/00	CEQ	C08J 5/00 CEQ
C08K 3/06		C08K 3/06
5/40		5/40
// B60C 1/00		B60C 1/00 A
		審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全10頁)
(21)出願番号	特願2000-165909(P2000-165909)	(71)出願人 390023607
		バイエル・アクチエンゲゼルシヤフト
(22)出願日	平成12年6月2日(2000.6.2)	BAYER AKTIENGESELLS
		CHAFT
(31)優先権主張番号	19925633-0	ドイツ連邦共和国デー51368 レーフエル
(32)優先日	平成11年6月4日(1999.6.4)	クーゼン (番地なし)
(33)優先権主張国	ドイツ(DE)	(72) 発明者 ヴィンフリート・イェスケ
		ドイツ連邦共和国51399ブルシャイト、イ
		ルレーホーフ32番
		(74)代理人 100062144
		弁理士 青山 葆 (外1名)
		) AT AM (* ()F1/A)
		最終頁に続く

# (54) 【発明の名称】改良されたゴム成形品のためのジエンゴム配合物

# (57)【要約】

【課題】 改良されたゴム成形品を製造するための、加工安全性を保持したままで、硫黄の添加量を広く変化できる加硫性ジエンゴム配合物を提供する。

【解決手段】 ジエンゴムおよび常套の添加剤からなる 加硫性ゴム配合物であって、配合物に含まれる加硫剤 が、ゴム100重量部に対して、

a)式:

 $R_1 N - (C = S) - S - S - (CH_1)_1 - S - S - (C = S) - NR_1$  (1)

[式中、 $R = (C_6 H_5 CH_1)$ 、X = 6] で示される化合物 (I) 0.5~3.8重盘部、

c) 少なくとも1種の加硫促進剤0.5~3.0重量部を含んでなる。

b) 硫黄0.5~2重量部および

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ジエンゴムおよび常套の添加剤からなる

a) 式:

$$R_1 N - (C = S) - S - S - (CH_1)_x - S - S - (C = S) - NR_1$$

[式中、 $R = (C_{\mathfrak{g}} H_{\mathfrak{g}} C H_{\mathfrak{g}})$ 、X = 6] で示される化 合物(I) 0.5~3.8重量部、

- b) 硫黄0.5~2重量部および
- c) 少なくとも1種の加硫促進剤0.5~3.0重量部

$$R_1N - (C = S) - S - S - (CH_1)_1 - S - S - (C = S) - NR_1$$

[式中、 $R = (C_6 H_6 CH_2)$ 、X = 6] で示される化 合物(I) 0.5~3.8重量部、

- b) 硫黄0.5~2重量部および
- c) 少なくとも1種の加硫促進剤0.5~3.0重量部 を含んでなるゴム成形品。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、改良されたゴム成 形品(例えば、タイヤ部材)を製造するための、加工安 全性を保持したままで、硫黄の添加量を広く変化できる 20 加硫性ジエンゴム配合物に関する。

[0002]

【従来の技術】タイヤにかかる動応力の故に、タイヤ部 材は、タイヤの良好な耐久性を確実にするために、良好 な熱および機械的安定性を必要とする。機械的安定性に 関しては、特に髙いモジュラスおよび髙い引裂抵抗が、 加硫物質の所定の硬度で望まれる。

【0003】タイヤ、特にトラックタイヤの使用の経済 性は、主として、タイヤドレッドの可能な再成形の合計 回数によって決定される。しかしながら、タイヤトレッ 30 ドの繰り返し再成形は、応力をかけたタイヤカーカスが 許容できる程度でのみ可能である。

ルバモイルジチオ) -アルカンおよび1, 2-ビス (N, N' -ジベンジルチオカルバモイルジチオ) -エ タンは、特許出願EP 385 072、EP 385 073、EP 432 405 およびEP 432 417から、タイヤトレッドおよびタイヤサ イドウォールの製造のためのジエンゴムの架橋剤として 知られている。ジエチルアミン誘導体の共通の特徴は、 ゴム配合物の架橋の間にジエチルアミンを解離しうるご 40 とである。ジエチルアミンは、ヒトに対して発癌性であ るジエチルニトロソアミンを形成しうる。1,2-ビス - (N, N' -ジベンジルチオカルバモイルジチオ) -エタンは、実際にはヒトに対して発癌性であるジベンジ ルニトロソアミンを形成できない (Druckrey 6, Z. Kre bsforschung69(1967)103参照)が、DE 22 56 511の開 示によれば、1, 2-ジチオエタンジイル基によって、 悪臭加硫物質を生成するこの化合物に対する可能性も除 外することができない (第17頁第2欄参照)。一方 で、4個以上の炭素原子を有するα, ωージチオアルカ 50 【0009】DE 22 56 511 において、1, 2ービスー

加硫性ゴム配合物であって、配合物に含まれる加硫剤 が、ゴム100重量部に対して、

を含んでなる配合物。

【請求項2】 ジエンゴムおよび常套の添加剤からなる 加硫性ゴム配合物を含んでなるゴム成形品であって、配 合物に含まれる加硫剤が、ゴム100重量部に対して、

ンジイル基は、匂いに関する問題がない加硫物質を与え

【0005】上記の欧州特許出願において、架橋剤は、 硫黄添加剤を用いないで使用される。硫黄の付加的な使 用は、加硫物質の戻り挙動を劣化させるので、有用では ない。

【0006】EP 530 590 は、1, 2ーピス(N, N' ジベンジルチオカルバモイルジチオ) -エタンまたは 1, 6-ビス (N, N'-ジベンジルチオカルバモイル ジチオ) -ヘキサン1~4.5重量部、硫黄0.05~ 0. 3重量部、および選択された量の加硫促進剤からな る架橋剤系によって加硫ジエンゴム物質を製造する方法 を開示する。上記の特許の特定の開示は、使用される架 橋剤の量が、非常に少量の硫黄を使用することで減少さ れること(経済的側面)、達成できなった老化および戻 り耐性を示すエラストマーが、ブルーム現象をさけなが ら、比較的短い時間の加硫の後に得られうる(第7頁、 第25~27行)。自動車タイヤおよびエンジンマウン トが、このような加硫物質の使用の例として挙げられ る。

【0007】さらに、DE 22 56 511には、一般式:A-S-S-R-S-S-A' [式中、Rは、ほとんどすべ ての2価の有機基であり、AおよびA'は、非常に多く の促進剤基からなり、特にN-置換チオカルバモイル基 を含みうる。〕で示される化合物をゴム加硫のために使 用することについての非常に一般的な議論が含まれてい る。架橋剤は、単独で使用されても、硫黄および加硫促 進剤と組み合わせて使用されてもよい。元素硫黄の添加 は、好ましくはゴム100重量部に対して、硫黄0.5 ~1. 5重量部の範囲である。第32頁第2行には、こ の発明の架橋剤では、1.5重量部を超える量の硫黄と 組み合わせると、ゴム配合物の加工安全性のレベルが低 下することが記載されている。

【0008】加工安全性のレベルの1つの指標はムーニ ースコーチ時間である。短いムーニースコーチ時間は、 低レベルの加工安全性を示し、一方、長いムーニースコ ーチ時間は高レベルの加工安全性を示す。ゴム配合物の 高レベルの加工安全性は、加硫遅延剤の添加が不要にで きるので、非常に望ましい。

4

N. N' -ジメチルチオカルバモイルジチオ) -エタン 1. 0重量部および硫黄1. 7重量部を含有する表VI 1の実施例7に従ったゴム配合物は、たった25.7分 のムーニースコーチ時間 (ts/121℃) を有するこ とが、マスターバッチA(NR配合物)を使用して示さ れている。これに対して、硫黄2.0重量部および促進 剤としてのSantocureNS (ベンゾチアジルー2-tert.-ブチルスルフェンアミド、TBBS) 0.5重量部を含 有する表 I I I の実施例 1 (対照例) による配合物は、 32.0分の対応するムーニースコーチ時間を有してい 10 る。すなわち、硫黄1. 7重量部を含有する表VIIの 実施例7のゴム配合物の加工安全性のレベルは、対照例 より実際に劣っている。表VIIの実施例6から明らか なように、実際に、加工安全性のレベルの低下は、対照 配合物(表 I I I の実施例 1 参照)で測定されるような 1. 0 重量部を超える硫黄の添加でさえ生じる。この発 明の架橋剤を含有するゴム配合物は、天然または合成紡 織繊維の接着または接合に適している(第35頁第2 欄)。

#### [0010]

【発明が解決しようとする課題】冒頭に記載のように、 産業衛生、ゴム配合物の加工安全性ならびに加硫物質の 機械的および動的性質プロフィールおよび老化挙動に関 して、改良されたタイヤ部材を製造するための加硫性ゴ ム配合物に対する強い要求がある。

#### a) 式:

$$R_1 N - (C = S) - S - S - (CH_1)_1 - S - S - (C = S) - NR_1$$

[式中、 $R = (C_0 H_0 C H_1)$ 、X = 6] で示される化合物(I) 0.5~3.8重量部、

- b) 硫黄0.5~2重量部および
- c) 加硫促進剤 0.5~3.0重量部を含んでなること を特徴とする配合物に関する。

【0014】架橋剤の化合物(I)の合成は、基本的にはEP 0 432 405に記載されている。本発明によるゴム配合物は、技術分野における既知の方法で、既知の添加剤または助剤物質、例えばカーボンブラック、可塑剤、分解防止剤、酸化亜鉛、ステアリン酸または樹脂と、ならびに加硫剤と、ゴム成分を通常通り混合することによって製造される(添加剤が常套の量で使用される)。

【0015】本発明のジエンゴムとしては以下のものが 40 挙げられる: 天然ゴム (NR)、イソプレンゴム (IR) およびブタジエンゴム (BR)、乳化法または溶液 法によって製造されうるスチレンーブタジエンゴム (SBR)。同程度に良好な結果が、これらのゴムの互いのブレンドを使用することによっても得られる。

【0016】ジエンゴムブレンドに関して、NR 90~50重量部、好ましくは80~60重量部、およびBR 10~50重量部、好ましくは20~40重量部を含んでなるブレンドが特に好ましい。

【0017】タイヤ産業において通常に使用されるNR 50 アジル-2-ジシクロヘキシル-スルフェンアミド(D

【0011】本発明の目的は、高い加工安全性を保持したままで、硫黄の添加量を広く変化できる加硫性ゴム配合物を提供することである。本発明によるゴム配合物は、ヒトに発癌性であるニトロソアミンを解離しない。ゴム配合物から得られる加硫物質は有機硫黄化合物の望ましくない匂いを有さず、加硫物質は、老化の間に技術的性質に関して劣化を示さないかまたはわずかな劣化を示すだけでなく、モジュラスおよび引裂抵抗に関して劣化を示さないかまたはわずかな劣化を示すだけでなく、モジュラスおよび引裂抵抗に関して老化の前に改良されるか、またはモジュラスは同じ標準を実質的に保持し、他の重要な技術的性質(例えば70℃での誘電損率tan δまたは発熱)の標準においていかなる劣化も伴わないで、引裂抵抗が改良される。この点に関して、モジュラスと引裂抵抗は、常に互いに相反するものであり、高いモジュラスの加硫物質では低い引裂抵抗を示す(およびその逆)。

#### [0012]

【課題を解決するための手段】本発明の目的は、驚くべきことに、選択された量の硫黄と組みあせて、加硫促進剤の存在下で、C<sub>6</sub>ーブリッジを与える特定の架橋剤を含んでなるジェンゴムからなるゴム配合物を加速するこ

20 含んでなるジエンゴムからなるゴム配合物を加硫することによって達成される。

【0013】それゆえに、本発明は、ジエンゴムおよび 常套の添加剤からなる加硫性ゴム配合物であって、配合 物に含まれる加硫剤が、ゴム100重量部に対して、

(I)

類は、本発明によるゴム配合物のためのNRとして適している。本発明によるゴム配合物に特に適しているBR は、ゴム100重量部につき、シス-1,4含量30~100重量部、好ましくは90~100重量部を有するものである。BRは、純粋な形態または油展形態で使用されうる。純粋なBRの使用が好ましい。

【0018】化合物(I)は、0.5~3.8重量部、好ましくは0.5~3.5重量部の量で使用される。ゴム加工産業で通常に使用される硫黄または不溶性硫黄でさえ、硫黄として適している。硫黄の好ましい量は、使用されるゴム100重量部に対して0.5~2重量部、さらに好ましくは0.5~1.5重量部である。

【0019】既知の硫黄供与体、例えば、カプロラクタムジスルフィドおよびそれの硫黄との混合物も当然のことながら、使用されうる。使用の目的に最も好ましい硫黄供与体の量は、予備試験によって容易に決定されうる。

【0020】非常に異なる種の加硫促進剤が使用でき、限定されない。メルカプトベンゾチアゾール (MBT)、ジベンゾチアジルジスルフィド (MBTS)、MBT系スルフェンアミド、例えばベンゾチアジルー2ーシクロヘキシルスルフェンアミド (CBS)、ベンゾチアジルー2ージシクロヘキシルースルフェンアミド (D

CBS)、ベンゾチアジルー2ーtert.ーブチルスルフ ェンアミド (TBBS) およびベンゾチアジルー2ース ルフェノモルホリド(MBS)が好ましく使用される。 加硫促進剤は、使用されるゴム100重量部に対して、 0.5~3.0重量部、好ましくは0.5~2.5重量 部の量で使用される。

【0021】CBSおよびMBSの混合物が、好ましく 使用される。他の加硫促進剤の混合物も使用できるが、 種類および量の最適な組み合わせは、試験によって容易 に決定されうる。

【0022】本発明によるゴム配合物の加硫は、既知の 方法で、約120~220℃、好ましくは140~20 0℃の温度で行われる。

【0023】本発明によるゴム配合物を、ゴム成形品、 特にタイヤ部材を製造するために使用することができ、 特に好ましくは改良された鋼状天井部 (Drahtkappen)、 サイドウォールストリップおよびチェーファーストリッ プ、ショルダークッション、ベルトストリップ、サイド ウォール挿入物およびトレッドベース (Laufflaechen-U nterplatten)ならびにタイヤ、特にトラックタイヤのト 20 る。 レッドを製造するために使用する。

【0024】本発明をさらに例を挙げて説明するが、本 発明を限定するものではない。実施例のすべての部およ

びパーセンテージは特記しないかぎり重量に基づく。 [0025]

#### 【実施例】使用される実験方法の詳細

以下の試験方法または試験装置を使用した:ムーニー粘 度:DIN 53 523、大ローター、100℃、予備加熱時間 1分、試験時間 4分。ムーニースコーチ: DIN53 523、 大ローター、130℃、予備加熱時間1分。流動計:AS TM D 2084、Monsanto MDR 2000 E、 1 7 0℃。引張試 験:DIN 53 405、ダンベル。硬度:DIN 53505。反発弾 10 性レジリエンス: DIN 53 512。動的性質: DIN 53 533、 Goodrich屈曲試験機、100℃/25分、予備至1MP a、ストローク4. 45 mm。粘弾性:DIN 53 513/IS0 4664、Roelig試験, 10Hz。

### 【0026】実施例1~4

表1に記載の試験配合物を、密閉式ミキサーType GK 1, 5 E(Werner & Pfleiderer製) を使用して、ローター速 度40rpmで、チャンバーおよびブレード温度50℃ (ラム圧力8bar、充填度65%)で、製造した。量 は、ゴム100重量部に基づく重量部で記載されてい

[0027]

【表1】試験配合物

配合物	実施例1	実施例	実施例	実施例4
番号	(比較例1)	2	3	(比較例2)
NR°)	80	80	80	80
BR <sup>b)</sup>	20	20	20	20
カーポンプラック N234	40	40	40	40
シリカ <sup>c)</sup>	8	8	8	8
酸化亜鉛 <sup>a)</sup>	10	10	10	10
可塑剤*)	3	3	3	3
粘着付与剤 <sup>()</sup>	2	2	2	2
6PPD <sup>g)</sup>	1.8	1.8	1.8	1.8
TMQ <sup>b)</sup>	1.2	1.2	1.2	1.2
ステアリン酸	0.75	0.75	0.75	0.75
レゾルシノール配合物				
(66.6%) <sup>1)</sup>	1.2	1.2	1.2	1.2
HMT <sup>1)</sup>	0.6	0.6	0.6	0.6
CBS <sup>k)</sup>	0.7	0.7	0.7	0.7
MBTS <sup>()</sup>	0.3	0.3	0.3	0.3
硫黄	3	1	0.5	0.5
架橋剤(I)	0	2	3	4

a) TSR 5, Defo 700

b) Buna(登録商標) CB 25 (Bayer AG製, ドイツ Leverk

度ML(1+4)100℃=44

c) Vulkasil(登録商標) S (Bayer AG製, ドイツ Leverk usen) 、シスー 1, 4 含量: 96%最小値、ムーニー粘 50 usen) 、BET比表面積: 155~195m²/g、p

H5.  $4 \sim 7$ . 0

- d)酸化亜鉛 RS (Grillo Zinkoxide GmbH製, ドイツ Goslar)
- e) Enerthene (登録商標)1849/1 (芳香族鉱油) (BP 0ill Deutschland GmbH製, Hamburg)
- f) Koresin(登録商標)粉末 (BASF AG製, ドイツ Mannhe im)
- g) Vulkanox(登録商標) 4020/LG (N- (1, 3-ジメチルブチル) -N' -フェニル-p-フェニレンジアミン) (Bayer AG製、ドイツ Leverkusen)
- h) Vulkanox (登録商標) HS/LG (重合した2, 2, 4-トリメチルー1, 2-ジヒドロキノリン) (Bayer AG製, ドイツ Leverkusen)
- i) Cohedur (登録商標) RS (Bayer AC製, ドイツ Lever kusen)
- j) Cohedur (登録商標) H30 (ヘキサメチレンテトラア ミン、HMT) (Bayer AG製, ドイツ Leverkusen)
- k) Vulkacit (登録商標) CZ/C (ベンゾチアジルー2ーシクロヘキシルスルフェンアミド、CBS)(Bayer AG 製, ドイツ Leverkusen)

1) Vulkacit (登録商標) DM (ジベンソチアジルジスルフィド、MBTS) (Bayer AG製, ドイツ Leverkusen) 【0028】配合物を製造するための混合順序は次のように選択した:

t=0秒 ポリマーの添加

t=10秒 ラムダウン

t=30秒 ラムアップ、カーボンブラックおよび可 塑剤添加、ラムダウン

t=90秒 ラムアップ、シリカ、酸化亜鉛、粘着付 10 与剤、分解防止剤、ステアリン酸およびレソルシノール の添加、ラムダウン

t=210秒 流し出す

t=240秒 空にする

【0029】混練機を空にしたとき、混合物質の温度は $91\sim92$ ℃の温度であった。HMTならびに硫黄、CBS、MBTSおよび架橋剤(I)からなる加硫剤を約60℃の混合温度で、ロール上で混合した。最終ゴム配合物で決定されたレオロジーデータを表2に示す。

[0030]

20 【表 2】試験配合物のレオロジーデータ

				T
配合物番号	実施例 1	実施例	実施例	実施例 4
-	(比較例 1)	2	3	(比較例2)
ML(1+4)100°C(MU)	64	69	67	73
スコーチ時間	15.3	23.3	28.0	29
(120°C)t <sub>3</sub> (分)				
流動計 150℃				
ts01(分)	2.1	3.5	4.5	4.5
t95(分)	10.1	9.0	12.9	13.4
Smin(dNm)	1.6	2.6	2.6	2.5
S'max(dNm)	17.9	19.5	18.6	19.8
Send, 30 分(dNm)	17.6	19.3	18.5	19.7
流動計 150℃				
ts01(分)	0.5	0.7	0.9	0.9
t95(分)	1.7	1.7_	2.4	2.5
Smin(dNm)	1.4	2.4	2.3	2.3
S'max(dNm)	17.7	18.1	17.1	18.4
Send, 30分(dNm)	11.1	17.0	16.7	18.2

【0031】本発明によるゴム配合物を、150℃で加硫した(加硫時間: t95+型関連ウォーミングアップ時間)。加硫物質の試験結果を表3に示す。

[0032]

【表3】加硫試験生成物の特性

実施例1	実施例	実施例	実施例4	
(比較例1)	2	3	(比較例2)	
21	24	22	20	
440	452	423	382	
2.4	2.8	2.7	2.9	
12.4	14.2	13.9	14.7	
28	41	45	25	
65	66	64	66	
63	64	62	64	
60	62	59	63	
69	73	72	73	
c h屈曲試験機	:			
11	8	8	9	
5.3	0.9	0.6	1.0	
7.1	1.6	1.6	1.2	
Roelig試験:				
0.113	0.104	0.104	0.108	
6.38	6.76	6.63	7.09	
0.723	0.700	0.689	0.767	
0.043	0.035	0.041	0.050	
5.91	6.23	5.95	6.28	
0.254	0.243	0.242	0.311	
	(比較例 1) 21 440 2.4 12.4 28 65 63 60 69 c h 届曲試験捷 11 5.3 7.1 試験: 0.113 6.38 0.723 0.043 5.91	(比較例 1) 2 21 24 440 452 2.4 2.8 12.4 14.2 28 41 65 66 63 64 60 62 69 73  c h 居曲試験機: 11 8 5.3 0.9 7.1 1.6  於於: 0.113 0.104 6.38 6.76 0.723 0.700 0.043 0.035 6.91 6.23	(比較例 1) 2 3 21 24 22 440 452 423 2.4 2.8 2.7 12.4 14.2 13.9 28 41 45 65 66 64 63 64 62 60 62 59 69 73 72  c h屈曲試験後: 11 8 8 8 5.3 0.9 0.6 7.1 1.6 1.6  対象: 0.113 0.104 0.104 6.38 6.76 6.63 0.723 0.700 0.689 0.043 0.035 0.041 6.91 6.23 5.95	

【0033】本発明によるゴム配合物は、高いレベルの 加工安全性を示し、モジュラスおよび引裂抵抗が同時に 向上した加硫物質を生成し、さらに低い発熱および70 ℃での低い t a n δを示すことが実施例からわかる。 【0034】実施例5

硫黄1.0重量部に代えて、硫黄2.0重量部を使用 し、架橋剤(I)2.0重量部に代えて、架橋剤(I) 1. 0重量部を使用する以外は、表1の実施例2に使用 したのと同じ手順を繰り返した。得られた配合物のムー ニー粘度ML(1+4)100℃は66であり、ムーニースコー 40 ar、充填度65%)で製造した。量は、ゴム100重 チ時間 t<sub>5</sub>は、120℃で21分と決定された。配合物 の対応した加硫後、モジュラス100は3.2MPaで あり、引裂抵抗は37N/mmであり、Goodric h屈曲試験機の温度上昇は8℃であった。Roelig

試験では、70℃で、0.035のtanδであった。 対照配合物 (実施例1参照) と比較して、本発明による ゴム配合物は、ゴム100重量部につき硫黄2.0重量 部を添加したときでさえ、優れた加工安全性を示すこと がこの実施例からわかる。

#### 【0035】実施例6および7

表4に記載の試験配合物を、実施例1~4に記載の密閉 式ミキサーを使用して、40 r p mのローター速度で、 50℃のチャンバーおよびブレード温度 (ラム圧力8b **虽部に対する重量部で記載されている。** 

[0036]

【表 4】試験配合物

配合物番号	実施例 6	実施例 7
	1 (比較例)	2
NR°)	100	100
カーボンブラック N375	50	50
酸化亜鉛 <sup>d)</sup>	5	5
可塑剤*)	3	3
6PPD*)	2	2
TMQ <sup>b)</sup>	1	1
ステアリン酸	1	1
微結晶ワックス <sup>m)</sup>	1	1
CBS <sup>k)</sup>	1	1
硫黄	1.5	0.8
架橋剤(I)	0	1.5

a) SNR 5、混練

d), e), g), h), k) 表1の注参照

m) Antilux (登録商標) 654 (Rhein Chemie Rheinau Gmb 20 t=240秒 空にする H製, Mannheim)

【0037】配合物を製造するための混合順序は次のよ うに選択した:

t = 0 秒 ポリマーの添加

ラムダウン t=10秒

t=30秒 ラムアップ、カーボンブラック、可塑

剤、酸化亜鉛、ステアリン酸の添加、ラムダウン

t=120秒 ラムアップ、分解防止剤およびワックス

の添加、ラムダウン

t=210秒 流し出す

【0038】混練機を空にしたとき、混合物質の温度は 112~114℃の温度であった。硫黄、促進剤および 架橋剤(I)からなる加硫剤を約65℃の混合温度で、 ロール上で混合した。最終ゴム配合物で決定されたレオ ロジーデータを表5に示す。

[0039]

【表 5 】試験配合物のレオロジーデータ

		1.3
配合物番号	実施例 6	実施例?
	1 (比較例)	2
ML(1+4)100°C(MU)	75	73
スコーチ時間(120℃)t <sub>5</sub> (分)	21	26
流動計, 160℃		
ts01(分)	1.6	2.1
t90(分)	3.6	4.0
t95(分)	4.0	4.9
Smin(dNm)	3.4	3.2
S'max(dNm)	16.8	17.8
Send 30 分(dNm)	13.7	18.0
戻り(%)	18	0
		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
流動計, 180℃	<del></del>	
ts01(分)	0.5	0.8
t90(分)	1.1	1.5
t95(分)	1.2	1.9
Smin(dNm)	3.3	2.9
S'max(dNm)	16.4	16.6
Send30 分(dNm)	10.8	15.7
戻り(%)	34	Б

【0040】 戻りを次のように計算した:

(S' max-Send) /S' max × 100%

ゴム配合物を、160℃で加硫した(加硫時間:t95+型 関連ウォーミングアップ時間)。加硫物質についての試 験結果を表6に示す。

30 [0041]

【表 6 】加硫試験生成物の特性

		10
加硫生成物番号	実施例6	実施例7
	1 (比較例)	2
引張強度(MPa)	27	28
破断点伸び(%)	550	529
モジュラス 100(MPa)	2.1	2.8
モジュラス 300(MPa)	11.5	13.4
硬度, 23℃(ショアーA)	67	68
<b>硬度, 70℃(ショアーA)</b>	61	62
反発弾性レジリエンス, 23℃(%)	43	40
反発弾性レジリエンス,70℃(%)	56	52
引裂抵抗(N/mm)	38	92
磨耗(エメリー40)(mm³)	161	112
Goodrich屈曲試験機:		
温度上昇(°C)	27	21
流れ(%)	8.7	2.3
Roelig試験:		
tan 8,0℃	0.215	0.222
動的弹性率 E', O℃(MPa)	8.649	9.847
损失弹性率 E", 0℃(MPa)	1.859	2.188
tan δ, 70°C	0.110	0.111
動的彈性率 E', 70℃(MPa)	5.229	5.896
损失弹性率 E", 70℃(MPa)	0.577	0.656

【0042】本発明によるゴム配合物が、改良された加工安全性を示し、向上した引裂抵抗と共に、向上した磨耗抵抗(より低い磨耗、より高い磨耗耐性)、および向上したモジュラスを有する加硫物質を生成することが実施例からわかる。さらに、本発明による加硫物質は、より低い発熱を示す。

【0043】以上、例示の目的のために、詳細に記載したが、これらの詳細な記載は、単に例示の目的だけであって、この詳細な記載から、当業者ならば、本発明の精、40神および範囲を逸脱しないで、請求の範囲で限定されることを除いて、種々の変形例をなすことができるものと理解すべきである。

【0044】本発明における好ましい態様は、以下のとおりである。

A. 化合物 (I) が、0. 5~3. 5重量部の盘で存在する請求項1に記載の加硫性ゴム配合物。

B. 硫黄が、0. 5~1. 5 重量部の量で存在する請求 項1に記載の加硫性ゴム配合物。 C. 少なくとも1種の加硫促進剤が、0. 5~2. 5重量部の量で存在する請求項1に記載の加硫性ゴム配合物。

D. 少なくとも1種の加硫促進剤が、メルカプトベンソチアゾール(MBT)、ジベンソチアジルジスルフィド(MBTS)、MBT系スルフェンアミド、例えばベンソチアジルー2ーシクロヘキシルスルフェンアミド(CBS)、ベンゾチアジルー2ージシクロヘキシルースルフェンアミド(DCBS)、ベンゾチアジルー2ーtert.ーブチルスルフェンアミド(TBBS)およびベンソチアジルー2ースルフェノモルホリド(MBS)またはそれらの混合物から選択される請求項1に記載の加硫性ゴム配合物。

E. 化合物 (I) が、0.5~3.5重量部の量で存在する請求項2に記載のゴム成形品。

F. 硫黄が、0.5~1.5重量部の量で存在する請求項2に記載のゴム成形品。

# フロントページの続き

(72) 発明者 ハルトムート・ブディング ドイツ連邦共和国52445ティッツ、レーン スシュトラーセ23番

(72)発明者 ヘルマン-ヨーゼフ・ヴァイデンハウプト ドイツ連邦共和国50259プルハイム、カン トシュトラーセ6アー番